

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 17 210 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**B 01 D 3/14**

②1 Aktenzeichen: 196 17 210.1  
②2 Anmeldetag: 30. 4. 96  
④3 Offenlegungstag: 6. 11. 97

DE 196 17 210 A 1

⑦1 Anmelder:  
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦2 Erfinder:  
Kaibel, Gerd, Dr., 68623 Lampertheim, DE; Stroezel,  
Manfred, 68549 Ilvesheim, DE; Rheude, Udo, Dr.,  
67166 Otterstadt, DE

⑤4 Trennwandkolonne zur kontinuierlichen destillativen Zerlegung von Mehrstoffgemischen

⑤7 Trennwandkolonne zur destillativen Auftrennung eines  
Gemisches in 3 oder mehrere Fraktionen, wobei innerhalb  
der Trennwandkolonne mindestens eine Trennwand lösbar  
angebracht ist.

DE 196 17 210 A 1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine neue Trennwandkolonne zur destillativen Auftrennung eines Gemisches in drei oder mehrere Fraktionen sowie ein verbessertes Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen.

Für die kontinuierliche destillative Zerlegung von Mehrstoffgemischen sind verschiedene Verfahrensvarianten gebräuchlich. Im einfachsten Fall wird das Zulaufgemisch in 2 Fraktionen, eine leichtsiedende Kopffraktion und eine hochsiedende Sumpffraktion, zerlegt. Bei der Auftrennung von Zulaufgemischen in mehr als 2 Fraktionen müssen nach dieser Verfahrensvariante mehrere Destillationskolonnen eingesetzt werden. Um den apparativen Aufwand zu begrenzen, setzt man bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen nach Möglichkeit Kolonnen mit dampfförmigen oder flüssigen Seitenabzügen ein. Die Anwendungsmöglichkeit von Destillationskolonnen mit Seitenabzügen ist jedoch dadurch stark eingeschränkt, daß die an den Seitenentnahmestellen entnommenen Produkte nie völlig rein sind. Bei Seitenentnahmen im Verstärkungsteil, die üblicherweise in flüssiger Form erfolgen, enthält das Seitenprodukt noch Anteile an leichtsiedenden Komponenten, die über Kopf abgetrennt werden sollen. Entsprechendes gilt für Seitenentnahmen im Abtriebsteil, die meist dampfförmig erfolgen, bei denen das Seitenprodukt noch Hochsiederanteile aufweist. Die Anwendung von konventionellen Seitenabzugskolonnen ist daher auf Fälle begrenzt, in denen verunreinigte Seitenprodukte zulässig sind.

Eine Abhilfemöglichkeit bieten hier Trennwandkolonnen. Dieser Kolonnentyp ist in der deutschen Offenlegungsschrift DE 33 02 525 A1 sowie in der Fachliteratur, beispielsweise in Chem. Eng. Technol. 10 (1987) Seite 92—98 und in Chem.-Ing.-Tech. 61 (1989) Nr. 2 Seite 104—112, beschrieben. Bei dieser Kolonnenbauart ist es möglich, Seitenprodukte ebenfalls in reiner Form zu entnehmen. Hierdurch verringert sich bei der Auftrennung von Vielkomponentengemischen die Zahl der insgesamt benötigten Destillationskolonnen. Da dieser Kolonnentyp eine apparative Vereinfachung von thermisch gekoppelten Destillationskolonnen darstellt, weist er darüberhinaus auch einen besonders niedrigen Energieverbrauch auf. Eine Beschreibung von thermisch gekoppelten Destillationskolonnen findet sich ebenfalls in den genannten Stellen der Fachliteratur. Trennwandkolonnen bieten gegenüber der Anordnung von konventionellen Destillationskolonnen sowohl hinsichtlich des Energiebedarfs als auch der Investitionskosten Vorteile von etwa 30% und werden daher zunehmend industriell eingesetzt.

Nachteilig für den Einsatz von Trennwandkolonnen ist, daß sie infolge der in der Kolonne angebrachten Trennwand eine gegenüber konventionellen Kolonnen abweichende mechanische Ausführung aufweisen. Eine nachträgliche Umrüstung ist mit einem beträchtlichen Aufwand und Stillstandzeiten verbunden. Die Anwendung von Trennwandkolonnen beschränkt sich daher bislang vorwiegend auf neu errichtete Kolonnen. Bei einer nachträglichen Umrüstung weicht man häufig auf die Kompromißlösung einer thermisch gekoppelten Kolonne aus.

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, den genannten Nachteilen abzuweichen und die Umrüstung bestehender Trennwandkolonnen sowie die Neuanfertigung von Trennwandkolonnen weiter zu vereinfachen.

Demgemäß wurde eine Trennwandkolonne zur destillativen Auftrennung eines Gemisches in drei oder mehrere Fraktionen gefunden, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß innerhalb der Trennwandkolonne mindestens eine Trennwand lösbar angebracht ist. Weiterhin wurden Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen unter Verwendung der erfindungsgemäßen Trennwandkolonne gefunden.

Im folgenden werden die erfindungsgemäßen Trennwandkolonnen anhand der Zeichnungen näher beschrieben.

Fig. 1 zeigt eine Trennwandkolonne (2) mit fest angebrachter Trennwand (1), wie sie bisher üblicherweise eingesetzt wird.

Fig. 2 zeigt eine erfindungsgemäße Trennwandkolonne (2) mit mehreren, übereinander angeordneten lösbaren Trennwänden (3).

Erfindungsgemäß wird eine spezielle konstruktive Ausgestaltung bereitgestellt, die die Anbringung von Trennwänden in der Kolonne erübrigt. Diese erfindungsgemäße Trennwandkolonne mit ggf. Packungen weist keine in dem Kolonnenkörper fest angebrachte, beispielsweise eingeschweißte, Trennwände auf. Eine erste konstruktive Möglichkeit besteht darin, daß die in Längsrichtung wirksame Unterteilung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen durch an der geordneten Kolonnenpackung direkt angebrachte Trennelemente bewirkt wird (Fig. 3). Die Trennwand 3 ist damit ein in die Packung 4 integriertes Bauelement und wird mit ihr fest verbunden. Die Wandstärke dieses mit der Packung verbundenen Bleches 3 kann mit ca. 0,1 bis 3, bevorzugt 1 bis 2 mm, deutlich kleiner gehalten werden als dies bei einer im Kolonnenkörper fest angebrachten Trennwand der Fall wäre, bei der die bevorzugte Wandstärke 5—10 mm beträgt. Diese Packungen führen speziell bei der Umrüstung bereits vorhandener konventioneller Kolonnen zu einer Kosteneinsparung sowie zu kurzen Umrüstungszeiten.

Für die Abdichtung auf einanderfolgender Packungslagen empfiehlt sich eine dachförmige Ausformung der in die Packung integrierten Trennwand. Fig. 3 zeigt eine einfache konstruktive Lösung, bei der die integrierte Trennwand 3 am unteren und oberen Ende um etwa 1 bis 10 mm länger ausgeführt ist als die mit ihr verbundene Packung 4 und am unteren Ende einen etwa 10 bis 20 mm breiten und etwa 0,1 bis 2 mm dicken zusätzlichen Blechstreifen 5 aufweist. Bei der Montage der einzelnen Packungslagen entsteht eine dachförmige Überlappung, die ein Übertreten von Flüssigkeit verhindert und auch gegenüber den Brüden eine ausreichend hohe Dichtigkeit aufweist. Alternativ zu dieser konstruktiv besonders einfachen Lösung sind auch andere in der Technik gebräuchliche Maßnahmen zur Abdichtung möglich.

Eine weitere noch einfachere Möglichkeit sieht vor, die Trennwand nicht in die Packung zu integrieren, sondern als loses etwa 0,5 bis 3 mm, bevorzugt 1 bis 2 mm starkes Blech 3 lose zwischen den einzelnen Packungen 4 anzubringen (Fig. 4). Die Packungen können dabei in derselben Ausführung mit Flüssigkeitsabweisern 6 und Abstandshaltern 7 zum Einsatz kommen, wie dies bei konventionellen starr angebrachten Trennwänden der Fall ist. Auch hier ist es vorteilhaft, Blechstreifen 5 anzubringen, um eine Abdichtung zu bewirken. Die einzelnen Bleche 3 können mit einer den Packungslagen entsprechenden Höhe, gegebenenfalls aber auch höher ausgeführt werden.

Wie Ergebnisse an technisch ausgeführten Kolonnen

zeigen, kann bei großen Kolonnendurchmessern mit ausreichender Rundheit und mäßigen Reinheitsanforderungen für die Mittelsiederfraktion auf eine seitliche Abdichtung durch Dichtelemente verzichtet werden. Sie ist nur bei stark unrunder Kolonnenschüssen und Produktspezifikationen für die Mittelsiederfraktion, die über etwa 99,8% liegen, erforderlich. Als Spaltweite zwischen der integrierten Trennwand und der Kolonnenwand sollten 1 bis 2 mm nicht überschritten werden. Wenn eine seitliche Abdichtung erforderlich ist, bietet sich als einfache Möglichkeit die Anbringung einer federnden Dichtlippe 8 aus einem dünnen Blech an, die eine Abdichtung zur Kolonnenwand 9 bewirkt (Fig. 5).

Am wirksamsten läßt sich eine Verunreinigung der Mittelsiederfraktion durch leichter- oder schwerersiedende Komponenten infolge einer nicht völligen Abdichtung der an den Packungslagen angebrachten Trennwände dadurch verhindern, daß längs der Kolonnenhöhe der Druck auf beiden Seiten der Längsunterteilung so beeinflußt wird, daß der Druck auf der Entnahmeseite stets etwas größer oder gleich groß ist wie auf der Zulaufseite. Dies läßt sich einfach dadurch erreichen, daß auf der Entnahmeseite die Packungen höher enden, eine größere Packungshöhe aufweisen oder einen höheren Druckverlust besitzen — beispielsweise infolge engerer Strömungsquerschnitte in der Packung — als auf der Zulaufseite.

Es ist auch möglich, konventionelle Packungslagen ohne eine integrierte Trennwand zu benutzen und die Trennwände separat, bevorzugt lose, in dem Kolonnenkörper anzubringen. Besonders einfach ist es, an den Kolonnenwänden U-förmige Führungsschienen 10 anzubringen, in die die Trennwände 3 eingeschoben werden (Fig. 6). In diesem Fall können die Trennwände länger ausgeführt werden, beispielsweise mit einer Länge von 1 bis 2 m, um ihre Zahl klein zu halten. Die Wandstärke sollte etwa 3 bis 10 mm betragen, um eine ausreichende Steifigkeit zu erzielen.

Es ist bei dieser Ausführung der Trennwände auch möglich, ungeordnete Packungen, beispielsweise Pall-Ringe, einzusetzen. Falls die losen Trennwände außerhalb der Mitte des Kolonnenquerschnitts angebracht werden sollen, ist eine Führung in jedem Fall erforderlich, da sonst die ausreichende Seitenabdichtung nicht gewährleistet ist.

Im Bereich der Flüssigkeitssammler und Flüssigkeitsverteiler zwischen den einzelnen Packungslagen ist es am günstigsten, jeweils ein einziges Blechstück als Längsunterteilung vorzusehen.

Bei Bodenkolonnen ist die Anbringung von Längsunterteilungen bei Dual-Flow-Böden am einfachsten. Hier genügen rechteckige ebene Bleche, die beispielsweise in U-förmige Führungsschienen eingeschoben werden, die an der Kolonnenwand sowie auf der Oberseite des Bodens und/oder auf der Unterseite des Bodens angebracht werden.

Siebböden, Ventilböden und Glockenböden machen eine aufwendigere Geometrie der Längsunterteilung erforderlich, da auch der Ablaufschacht unterteilt werden muß. Die konstruktive Ausführung ist am einfachsten, wenn die Längsunterteilungen jeweils senkrecht zu den Wehren angeordnet werden.

Bei dem destillativen Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches unter Verwendung der erfindungsgemäßen Trennwandkolonne betreibt man die Trennwandkolonne bevorzugt so, daß der Druck auf der Entnahmeseite größer oder gleich groß ist wie auf der Zulaufseite.

1. Trennwandkolonne zur destillativen Auftrennung eines Gemisches in 3 oder mehrere Fraktionen, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb der Trennwandkolonne mindestens eine Trennwand lösbar angebracht ist.

2. Trennwandkolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennwand bzw. Trennwände lose in Führungsschienen an den Kolonnenwandungen angebracht sind.

3. Trennwandkolonne nach Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennwandkolonne Packungen zur Gemischauftrennung enthält.

4. Trennwandkolonne nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennwandkolonne geordnete Packungen enthält, bei denen die als Längsunterteilung wirkenden Trennwände jeweils auf einer Seite der Packungslage als 0,1 bis 3 mm dicke Bleche angebracht sind.

5. Trennwandkolonne nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß diese Bleche am oberen oder unteren Ende 1 bis 10 mm über die Packungslage hinausreichen, am unteren Ende des Bleches einen 10 bis 20 mm breiten und 0,1 bis 2 mm dicken Blechstreifen aufweisen, der nur an seinem oberen Rand mit der Trennwand so verbunden ist, daß bei aufeinandergestapelten Packungslagen eine dachförmige, zumindest teilweise dichtende Überlappung entsteht, die ein Übertreten von Flüssigkeit von der einen auf die andere Seite der Trennwand verhindert und auch gegen ein Übertreten von Brüden eine ausreichende hohe Dichtigkeit aufweist.

6. Trennwandkolonne nach Ansprüchen 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennwand als 0,5 bis 3 mm, starkes Blech lose zwischen den einzelnen Packungen angebracht wird.

7. Trennwandkolonne nach den Ansprüchen 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die seitliche Abdichtung der Trennwände durch federnde Dichtlippen erfolgt.

8. Trennwandkolonne nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Bodenkolonne ausgeführt ist.

9. Verfahren zur destillativen Auftrennung eines Gemisches in 3 oder mehr Fraktionen unter Verwendung einer Trennwandkolonne gemäß Ansprüchen 1 bis 8.

10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die Trennwandkolonne so betreibt, daß der Druck auf der Entnahmeseite größer oder gleich groß ist wie auf der Zulaufseite.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

FIG.1

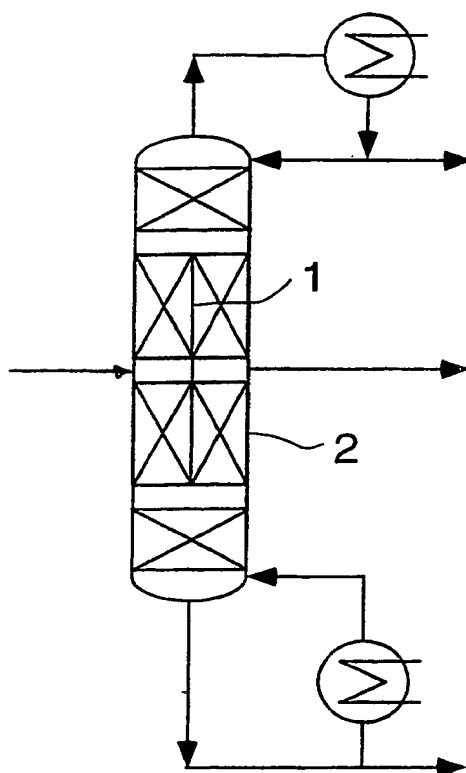


FIG.2

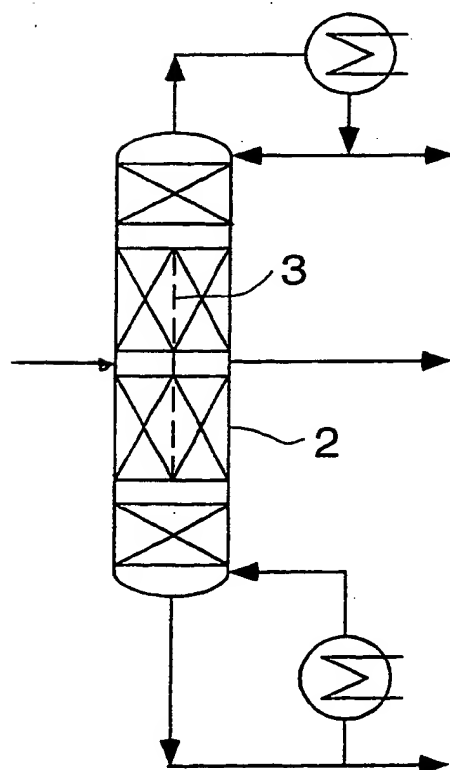


FIG.4

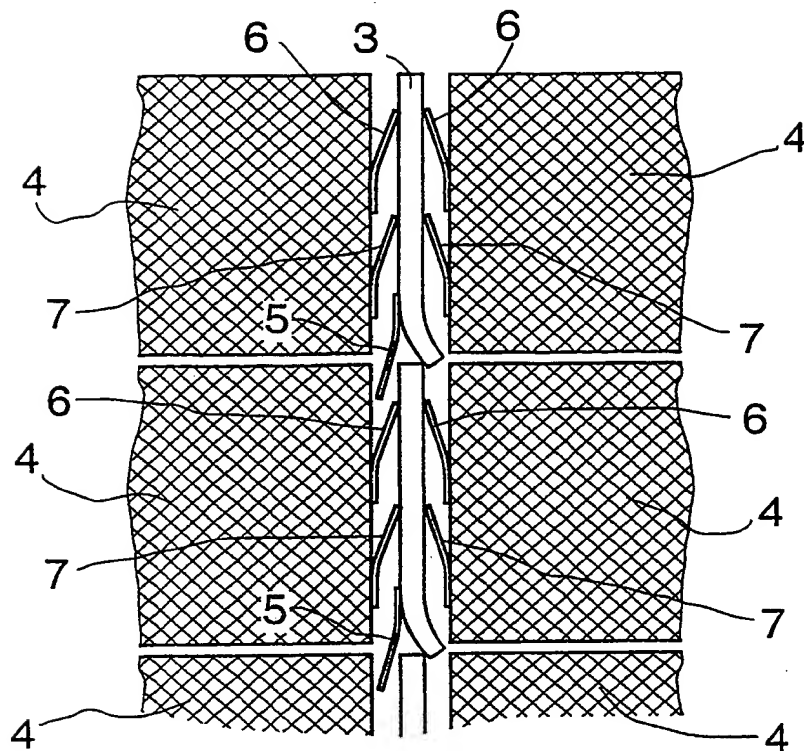


FIG.3

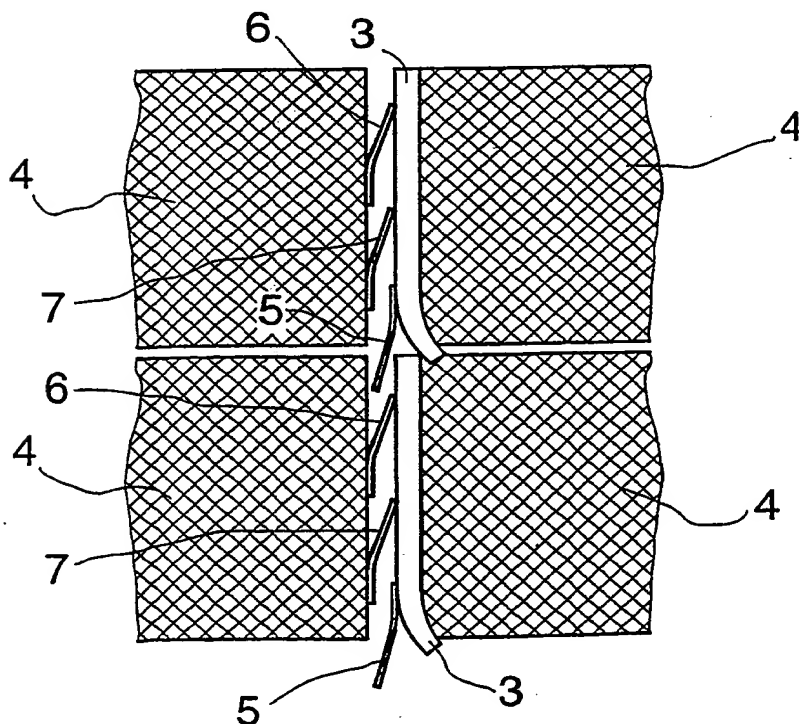


FIG.5

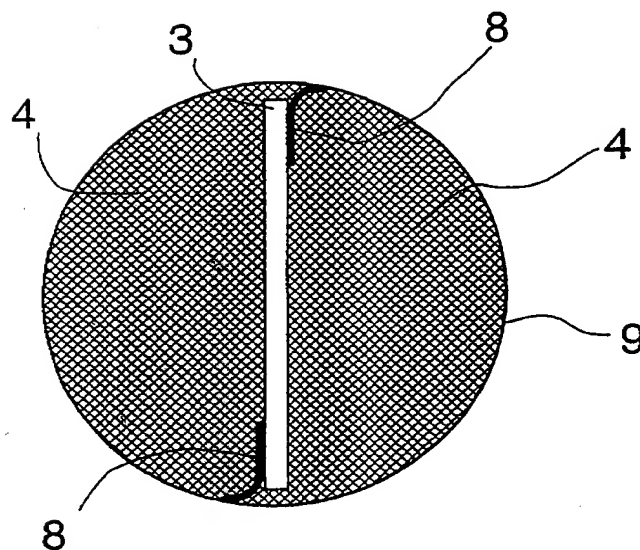


FIG.6

